

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-228361  
 (43)Date of publication of application : 14.08.2002

(51)Int.Cl.

F27B 5/16  
 C21D 1/00  
 C21D 1/74  
 C21D 1/76  
 C21D 9/08  
 F27B 9/24  
 // C23C 8/18

(21)Application number : 2001-022886  
 (22)Date of filing : 31.01.2001

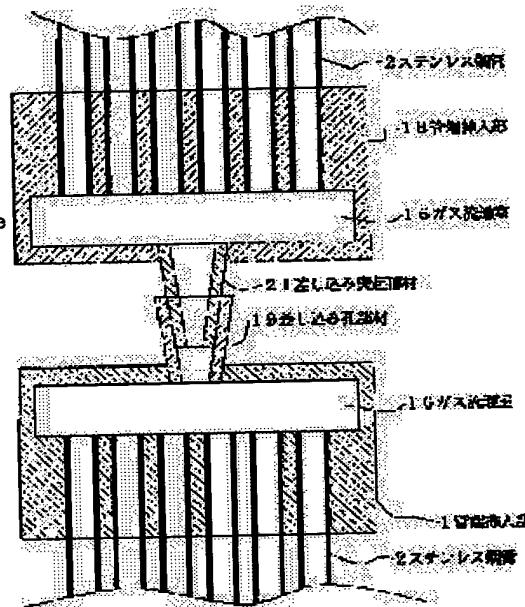
(71)Applicant : SUMIKIN STAINLESS KOKAN KK  
 (72)Inventor : TANIYAMA SHOICHI  
 IMAMURA SHIGEYUKI

(54) METHOD FOR GAS TREATMENT OF INNER SURFACE OF METAL PIPE MADE TO BE MOVED INSIDE FURNACE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To solve a problem in a conventional method for forming a passive state film on an inside surface of a metal pipe in which joints at a front end and a rear end of the metal pipe are connected by caulking one by one, resulting in rendering working efficiency poor.

SOLUTION: The method for gas treatment of the inside surface of the metal pipe made to be moved inside a furnace comprises longitudinally moving the metal pipe in a continuous length inside the furnace, and supplying gas into the inside of the metal pipe at the same time to treat the inside surface of the metal pipe. One set of a preceding stage where a plurality of metal pipes are arranged in parallel is connected by one set of a following stage and a joint fixture, and these sets are successively conveyed in. The gas to be supplied from the joint fixture outside a conveying-in side of the furnace is made to flow in a moving direction of the metal pipes through a plurality of the insides of the pipes and the insides of the joint fixtures. The gas is exhausted from the joint fixture outside a conveying-out side of the furnace.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-228361  
(P2002-228361A)

(43) 公開日 平成14年8月14日 (2002.8.14)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト <sup>*</sup> (参考)
F 2 7 B 5/16		F 2 7 B 5/16	4 K 0 3 4
C 2 1 D 1/00	1 1 7	C 2 1 D 1/00	1 1 7 4 K 0 4 2
		1/74	F 4 K 0 5 0
		1/76	G 4 K 0 6 1
		9/08	E
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-22886 (P2001-22886)

(22) 出願日 平成13年1月31日 (2001.1.31)

(71) 出願人 591110171

住金ステンレス鋼管株式会社  
茨城県猿島郡総和町丘里3番2

(72) 発明者 谷山 正一

神奈川県藤沢市川名1-14-1住金ステン  
レス鋼管株式会社湘南工場内

(72) 発明者 今村 繁行

神奈川県藤沢市川名1-14-1住金ステン  
レス鋼管株式会社湘南工場内

(74) 代理人 100108671

弁理士 西 義之

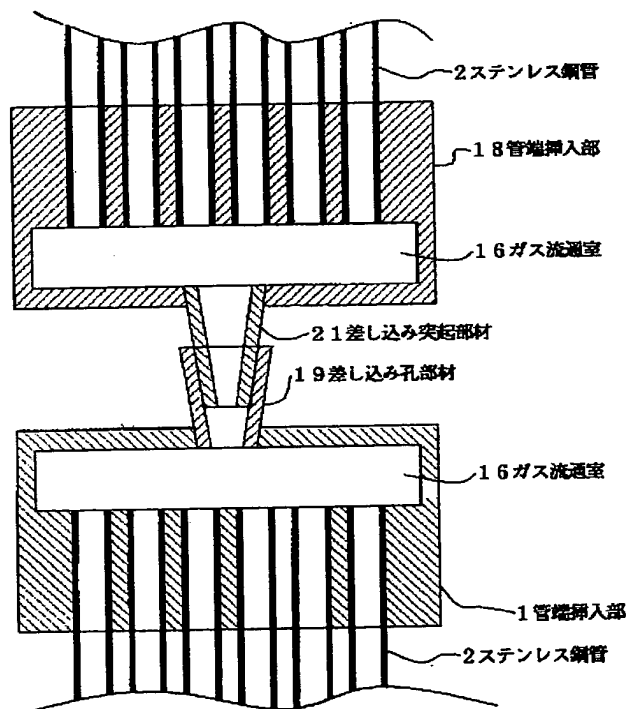
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炉内を進行する金属管内面のガス処理方法

## (57) 【要約】

【課題】 従来の金属管内面の不動態被膜の形成方法では、金属管の先端と後端を一本ずつジョイントを接続してカシメるようにしているために、作業効率が悪かった。

【構成】 長尺金属管を長手方向に炉内を進行させつつ同時に該金属管内部にガスを供給して金属管の内面をガスで処理する方法において、複数本の金属管を平行に並べた前段の1セットを後段の1セットとジョイント治具によって接続し、炉内に次々に搬入するとともに、搬入側炉外のジョイント治具から供給するガスを各セットの複数本の金属管内部およびジョイント治具内部を通して金属管の進行方向へ向けて流し、搬出側炉外のジョイント治具からガスを排出することを特徴とする炉内を進行する金属管内面のガス処理方法。



**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 長尺金属管を長手方向に炉内を進行させつつ同時に該金属管内部にガスを供給して金属管の内面をガスで処理する方法において、複数本の金属管を平行に並べた前段の1セットを後段の1セットとジョイント治具によって接続し、炉内に次々に搬入するとともに、搬入側炉外のジョイント治具から供給するガスを各セットの複数本の金属管内部およびジョイント治具内部を通して金属管の進行方向へ向けて流し、搬出側炉外のジョイント治具からガスを排出することを特徴とする炉内を進行する金属管内面のガス処理方法。

【請求項2】 該金属管はステンレス鋼管であり、該鋼管内面に酸化性ガスにより不動態被膜を形成することを特徴とする請求項1記載の炉内を進行する金属管内面のガス処理方法。

【請求項3】 複数の長尺金属管の端部の所定長をそれぞれ挿入できる複数の管端挿入孔および該管端挿入孔に連通するガス流通室を内部に有する一対のジョイント治具であって、一方は該ガス流通室に連通するガス流通空間をもつソケットジョイント治具であり、他方は該ガス流通室に連通するガス流通空間をもつプラグジョイント治具であることを特徴とする請求項1記載の金属管内面のガス処理方法において用いる複数本の金属管を1セットとして接続する一対のジョイント治具。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、炉内を長手方向に進行する長尺金属管の内面をガスで処理する方法およびそのために複数本の長尺金属管を平行に並べて1セットとして、各セットを次々に接続して炉内を進行させるためのジョイント治具に関する。

**【0002】**

【従来の技術】 半導体製造プロセスでは、比較的安定な一般ガス（ $O_2$ 、 $N_2$ 、 $H_2$ 、 $He$ ）から反応性、腐食性および毒性の強いフッ素系、塩素系などのプロセスガスやクリーニングガスが使用される。これらのガスを使用する配管やチャンバーの材料には、ガスとの反応性、耐腐食性の他、強度、加工性、溶接性、管内外表面の仕上げ研磨性等を考慮して、オーステナイト系ステンレス鋼またはフェライト系のステンレス鋼が使用されており、より優れたステンレス鋼材料の開発が進められている。

【0003】 ステンレス鋼は、乾燥ガス雰囲気では耐蝕性に優れているが、フッ素系や塩素系のガス雰囲気中で水分が存在する場合は容易に腐食されてしまうという問題がある。このため、ステンレス鋼管の表面を仕上げ研磨した後に何らかの耐蝕性処理が必要になる。

【0004】 耐蝕性処理方法としては、耐蝕性金属のメッキ方法や硝酸溶液中に浸漬して不動態被膜を形成する方法なども考えられるが、これらは湿式の方法であるた

め、配管内面やチャンバー内面に水分や処理液が残留し、半導体製造プロセスの配管用ステンレス鋼管としては適さず、これに代わる方法としてドライガス雰囲気による不動態被膜の形成が着目され、種々の方法が開発されている。

【0005】 本発明者は、先に、ステンレス鋼管内面に不動態被膜を形成する方法において、鋼管を長手方向に加熱炉に挿入して該炉内を前進させながら昇温加熱、均熱、降温冷却し、均熱部において被膜形成を行うようにし、その際、鋼管の後端に装着した可撓性ガス管から鋼管内面に被膜形成処理ガスを供給し、鋼管の端部が該炉の挿入側の一定の位置まで前進したときに該ガス管を外して、鋼管の後端部と該炉内に挿入する次の鋼管の先端部とを鋼管内部を塞ぐことがないようにジョイント部材で接続し、該次の鋼管に装着したガス管から該次の鋼管内部に被膜形成処理ガスを再度供給し、この一連の操作を繰り返すことにより複数の鋼管を連続的に繋げて加熱炉に挿入しながら繋がった複数の鋼管内部に被膜形成処理ガスを流通させ、炉の排出口に達した鋼管の先端から該処理ガスを排出するようにして、炉内に連続挿入される鋼管内部に不動態被膜を形成することを特徴とするステンレス鋼管内面の被膜形成方法および装置を発明し、特許出願した（特開平11-256308号公報）。

**【0006】**

【発明が解決しようとする課題】 上記の特開平11-256308号公報に開示される不動態被膜の形成方法では、金属管の先端と後端を一本ずつジョイントを接続してカシめるようにしているために、作業効率が悪かった。

**【0007】**

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、より多数本の金属管を効率的に接続できるとともに金属管内面に円滑にガスを流すことのできるジョイント構造を開発することによって大幅な作業効率の改善を実現した。

【0008】 すなわち、本発明は、長尺金属管を長手方向に炉内を進行させつつ同時に該金属管内部にガスを供給して金属管の内面をガスで処理する方法において、複数本の金属管を平行に並べた前段の1セットを後段の1セットとジョイント治具によって接続し、炉内に次々に搬入するとともに、搬入側炉外のジョイント治具から供給するガスを各セットの複数本の金属管内部およびジョイント治具内部を通して金属管の進行方向へ向けて流し、搬出側炉外のジョイント治具からガスを排出することを特徴とする炉内を進行する金属管内面のガス処理方法である。

【0009】 また、本発明は、該金属管はステンレス鋼管であり、該鋼管内面に酸化性ガスにより不動態被膜を形成することを特徴とする上記の炉内を進行する金属管内面のガス処理方法である。

【0010】 また、本発明は、複数の長尺金属管の端部

の所定長をそれぞれ挿入できる複数の管端挿入孔および該管端挿入孔に連通するガス流通室を内部に有する一対のジョイント治具であって、一方は該ガス流通室に連通するガス流通空間をもつソケットジョイント治具であり、他方は該ガス流通室に連通するガス流通空間をもつプラグジョイント治具であることを特徴とする上記の金属管内面のガス処理方法において用いる複数本の金属管を1セットとして接続する一対のジョイント治具である。

【0011】本発明の金属管内面のガス処理方法およびこの方法に用いるジョイント治具は、特に、半導体製造プロセス、高真空装置等の高潔浄度を要求される装置の配管材として適するステンレス鋼管の内面のみにCr酸化物、Al酸化物、Si酸化物などの不動態被膜を酸化性ガスにより形成するためのガス処理方法に好適である。

【0012】ステンレス鋼管の内面に被膜を形成する方法自体は、前記の特開平11-256308号公報に開示した下記のとおりの方法を使用できる。すなわち、ステンレス鋼管としてフェライト系ステンレス鋼管を対象とする場合は、例えば、被膜形成処理ガスが露点-50℃~-63℃に制御されたH<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>+Ar混合ガスであり、均熱温度を700~1100℃としてCr酸化物を主体とする優れた被膜を形成できる。被膜形成処理ガスの組成は、例えば、水蒸気1~300体積ppm、水素10~99.999体積%を含有したH<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>+Arなどの不活性ガスとの混合ガスである。

【0013】また、ステンレス鋼管として、Al+Siを1~6wt%含有するステンレス鋼管において、被膜形成処理ガスが露点-55℃~-70℃に制御されたH<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>+Ar混合ガスを用い、均熱温度を600~1200℃としてAl酸化物およびSi酸化物を主体とする優れた被膜を形成できる。加熱炉として、マッフル炉を用い、マッフル管内にH<sub>2</sub>ガス等の不活性ガスを流してステンレス鋼管の外表面を光輝焼鈍仕上げすることができる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下に、図面を参照して本発明のガス処理方法およびこの方法に使用するジョイント治具の構造について、ステンレス鋼管内面に不動態被膜を形成する場合を例として詳述する。図1は、ステンレス鋼管内面に不動態被膜を形成するための装置の全体概念図である。図2の(A)は、図1のX-X線断面図である。図2の(B)は、図1のY-Y線断面図である。図3(a)は、ソケットジョイント治具の構造を示す水平断面図である。図3(b)は、図3(a)のX-X線断面図である。図3(c)は、図3(a)のY-Y線断面図である。図4は、プラグジョイント治具の構造を示す水平断面図である。図5は、図3に示すソケットジョイ

ント治具と図4に示すプラグジョイント治具を接続した状態を示す水平断面図である。

【0015】本発明の一対のジョイント治具を使用する不動態被膜形成用の加熱炉としては、マッフル炉として公知のタイプの炉に水冷帯を付設したものが適する。図1に示すように、被処理材であるステンレス鋼管2をコンベヤロール3など公知の搬送手段により鋼管の長手方向に水平にマッフル炉1のマッフル管4の入り口に搬入し、マッフル管4内を進行するエンドレスコンベヤベルト5上に移載させてマッフル管4内を進行させる。

【0016】マッフル炉1は、図2の(A)に断面を示すように、マッフル管4の上下に電熱ヒータ6、6を配置し、マッフル管4内に適宜温度計7を挿入するなどの手段により炉内温度を計測制御する。マッフル炉1の加熱帯Hに隣接して鋼管2の強制冷却用の水冷帯Cを設ける。水冷帯Cは、例えば、図2の(B)に断面図を示すように、マッフル管4の全体を水冷槽8内に配置して鋼管2をコンベヤベルト5で搬送しながら水冷帯Cで間接的に冷却する。加熱されたままステンレス鋼管が炉外へ出ると外面が大気によって酸化されるので、加熱帯の後に水冷帯を設けて外面の酸化反応が起こらない程度の温度まで強制冷却した後に炉外へ排出する。水冷帯Cの近傍に設けた供給孔9からH<sub>2</sub>ガスなどの不活性ガスを雰囲気ガスとしてマッフル管4内に流す。マッフル管4の入口、出口はフレームカーテンでシールする。

【0017】鋼管2の挿入側のマッフル炉1の近傍に被膜形成処理ガスを供給するためのガス調整器10を配置する。ガス調整器10は所定のガスを供給する図示しないガス供給源と接続する。また、ガス調整器10には、流量計11、露点計12などの所要の計器を介して、調整後の被膜形成処理ガスを鋼管2の内部へ供給するための可撓性のガス供給チューブ13を接続する。

【0018】図3に示すように、マッフル炉1に挿入する鋼管2の後端側に用いるソケットジョイント治具15は、薄板を箱型に溶接して形成されたガス流通室16、鋼管2の端部の所定長を挿入できる径と長さの管端挿入孔17をドリルで厚板に複数本開けて形成された管端挿入部18、および管端挿入部18の反対側にあつて、管端挿入孔17に連通するガス流通室16の略中央部に連通する空間をもつテーパ状の内面をもつソケット部材19をそれぞれ溶接して一体化した構造からなる。管端挿入孔17の数は、マッフル管4の大きさ、鋼管2の径に応じて、適宜定める。ガス流通室16には斜め板などガスを均一に流すための手段を設けてもよい。

【0019】図4に示すように、マッフル炉1に挿入する鋼管2の先端側に用いるプラグジョイント治具20は、ソケットジョイント治具15の内面テーパ状のソケット部材19の内面に嵌合するテーパ状の外面をもつプラグ部材21を有し、他の構造はソケットジョイント治具15と同様とする。ソケット部材19にプラグ部材

21を挿入することにより気密なジョイントを形成することができる。

【0020】次に、本発明の一対のジョイント治具の使用方法を説明する。例えば、マッフル炉の入口と出口の間の距離が約20mの炉を用い、鋼管1本の長さが4mとする。この場合、まず、長さが4mの鋼管を内部にガス流路を持つ適宜のジョイントを用いて5本繋ぎ、炉内に挿入してダミー材（図示せず）とする。

【0021】被膜を形成する鋼管2は、マッフル炉1に挿入する前に予めソケットジョイント治具およびプラグジョイント治具を用いて複数本平行に並べて1セットとする。すなわち、鋼管2の一方の端部50～60mm程度の長さをソケットジョイント治具の管端挿入孔17、17・・・に1本ずつ挿入する。同様に鋼管2の他端をプラグジョイント治具の管端挿入孔に挿入する。全セットし終わったら、1セットずつマッフル炉1に搬入する。マッフル炉1へ搬入する先端側のプラグ部材21を5本のダミー材の最後尾の鋼管に差し込む。この状態で、被膜を形成する最初の1セットをコンベアロール3でマッフル炉1へ搬送する。

【0022】次に、最初の1セットの後端側のソケット部材19にその後段の2セット目の先端側のプラグ部材21を挿入し、2セット目もマッフル炉1へ搬入する。同様にして、3セット目もマッフル炉1へ搬入する。このように、前段の1セットと後段の1セットを次々に接続して炉内に搬入する。マッフル炉の入口と出口の間の距離が約20mで、鋼管1本の長さが4mであるから、マッフル炉内には5セットが繋がって存在することになる。さらに同様に6セット目を繋ぐ。この状態で搬入側炉外のソケットジョイント治具に接続した可撓性のガス供給チューブ13のバルブV1を開にして処理ガスを鋼管内部へ供給する。7セット目のソケット部材19には、被膜形成処理ガスを鋼管2の内部へ供給するための可撓性のガス供給チューブ13のガス供給口を予め装着し、バルブV2は閉じておく。

【0023】鋼管2内にガスが流れながらマッフル管4内を各セットは前進する。最後尾の6セット目のソケット部材19に装着したガス供給口は、該鋼管2の前進につれてマッフル炉1の入口近くまで前進するので、ガス供給チューブ13は可撓性のあるものとし、ガス供給口の移動を可能とする。

【0024】5セット目のソケット部材と6セット目のプラグ部材を接続したらバルブV1を開いてガス供給口から被膜形成処理ガスを6セット目、5セット目、4セット目、3セット目、2セット目、1セット目の各ジョイントを介して鋼管2の内部に流す。ガスは、炉内を進行して搬出側炉外に達した1セット目のプラグ部材19から排出される。1セット目の後端のソケット部材を2セット目のプラグ部材から外すとガスは2セット目のプラグ部材から排出される。マッフル炉1の出口の外へ搬

送され、内面に不動態被膜が形成された鋼管2はプラグジョイント治具およびソケットジョイント治具を取り外して排出側コンベア（図示せず）で次工程へ搬送する。

#### 【0025】

##### 【実施例】実施例1

ステンレス鋼管として下記の組成を有するフェライト系ステンレス鋼管を用いた。 $C \leq 0.01$ ,  $Si \leq 0.1$ ,  $Mn \leq 0.05$ ,  $S \leq 0.002$ ,  $Ni \leq 0.05$ ,  $Cr 26/27$ ,  $Mo 0.8/1.2$ ,  $Al \leq 0.01$ ,  $O \leq 0.005$ ,  $Fe$  残部。鋼管のサイズは、長さ4000mm、外径6.35mm、内径4.35mmであった。半導体製造装置用クリーンガス配管には、通常、内面を電解研磨などで0.7ミクロン以下の鏡面に仕上げ研磨したステンレス鋼管が用いられており、本実施例でも、シームレスステンレス鋼管内面を内面粗さ $R_{max} \leq 0.7$ ミクロンに仕上げ研磨したものをを用いた。

【0026】鋼管を接続する一対のジョイントとしては、図3および図4に示す構造のものを使用した。上記サイズのステンレス鋼管18本を1セットとして並列に一対のジョイントに装着した。これをコンベアロールに並べ、マッフル炉に供給した。マッフル炉の入口と出口の間の距離が約20mの炉を用い、加熱帯は約6m、冷却帯は約10mとした。したがって、マッフル炉内には1列18本の鋼管が約5セット繋がって存在することになる。この方法で、計15セット、1ロット270本を処理した。処理に要する時間は100分であった。

【0027】被膜形成処理ガスとしては、 $H_2$  ガスを用い、水分添加器で露点 $-53^{\circ}C$ に調整し、流量10リットル/分でガスを鋼管内に供給した。また、マッフル管内には $H_2$  を流量 $7m^3$  /分で供給した。ステンレス鋼管は加熱帯で約5分で約 $900^{\circ}C$ に昇温され、該温度に10分以上維持し均熱されるように搬送速度制御と電熱ヒータの温度制御を行った。また、均熱後約5分で室温に降温するように冷却した。この不動態被膜形成処理により、長さ4mの鋼管1本の被膜の形成に要する処理時間は20分であった。鋼管内面には被膜厚さ約300オングストロームの均一な金色の $Cr_2O_3$  を主体とする酸化被膜が形成され、外面は光輝仕上げ面となった。

#### 【0028】

【発明の効果】本発明は、マッフル炉などの従来公知の加熱炉を用いて長尺金属管、特にステンレス鋼管を、炉内で高温、短時間加熱処理して内面に被膜を形成する方法において、多数本を並列にコンベアで搬送しながら連続的に金属管内面にガスを供給できる一対のジョイント治具を用いて連続ガス処理を可能としたので、効率的で生産性が大幅に向上する。

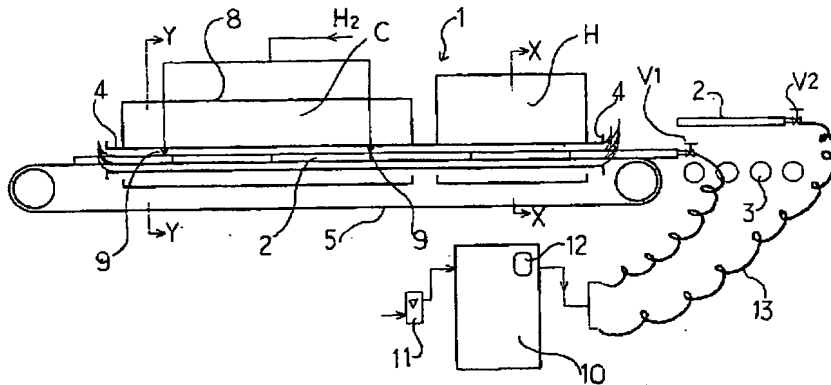
##### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、長尺ステンレス鋼管内面にガスを流して被膜を形成する装置の全体概念図である。

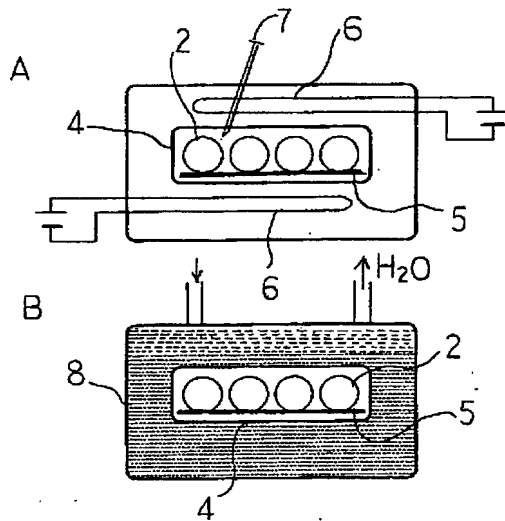
【図2】図2のAは、図1のX-X線断面図であり、図2のBは、図1のY-Y線断面図である。

【図3】図3(a)は、本発明のガス処理方法に用いるソケットジョイント治具の構造を示す水平断面図である。図3(b)は、図3(a)のX-X線断面図である。図3(c)は、図3(a)のY-Y線断面図である。

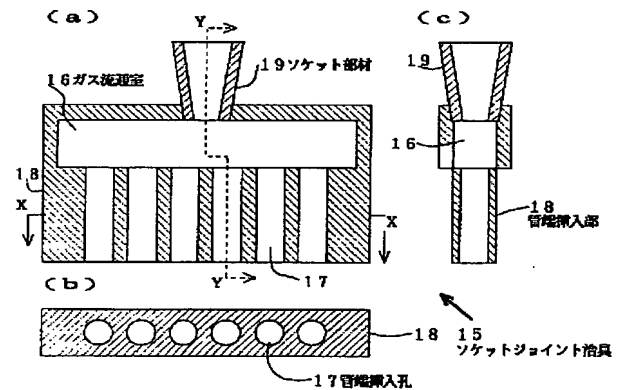
【図1】



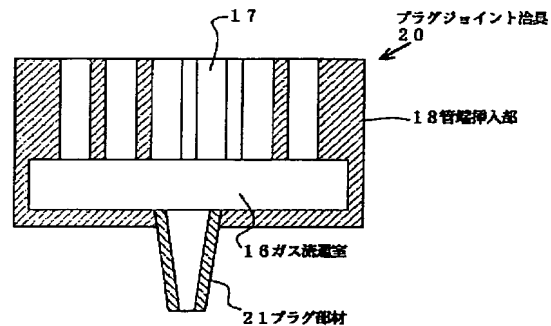
【図2】



【図3】



【図4】

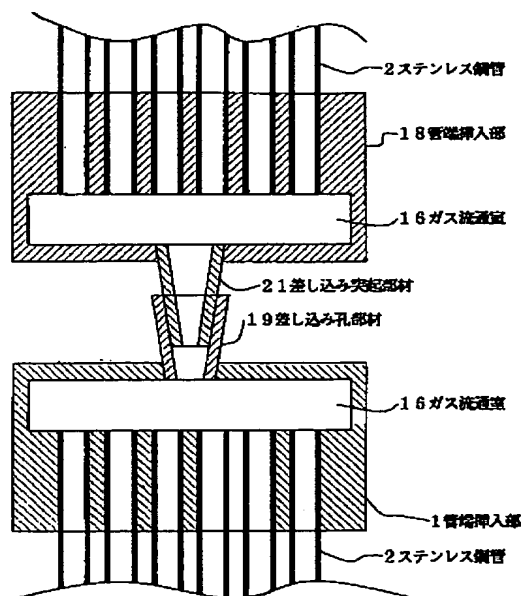


る。

【図4】図4は、本発明のガス処理方法に用いるプラグジョイント治具の構造を示す水平断面図である。

【図5】図5は、図3に示すソケットジョイント治具と図4に示すプラグジョイント治具を接続した状態を示す水平断面図である。

【図5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

タームコード (参考)

F 2 7 B 9/24

F 2 7 B 9/24

E

// C 2 3 C 8/18

C 2 3 C 8/18

F ターム (参考) 4K034 AA17 BA03 BA06 CA05 DB02  
DB03 DB04 EA11 GA07  
4K042 AA06 BA06 BA13 CA16 DA06  
DB07 DC04 DF01  
4K050 AA01 AA09 BA02 CA09 CC07  
CC10 CD06 CF06 CF16 CG09  
DA03 EA03  
4K061 AA01 AA05 BA02 CA08 CA19  
DA05 FA13 GA10